

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-4995

(43)公開日 平成5年(1993)1月14日

| (51)Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|-------|----------|-----|--------|
| C 0 7 F 7/21 | | 8018-4H | | |
| B 0 1 J 27/13 | | | | |
| C 0 8 L 83/04 | L R R | 8319-4 J | | |
| // C 0 7 B 61/00 | 3 0 0 | | | |

審査請求 未請求 請求項の数4(全 18 頁)

(21)出願番号 特願平3-17164

(22)出願日 平成3年(1991)1月17日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 山谷 正明

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社シリコン電子材料技術研究所内

(74)代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

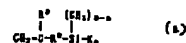
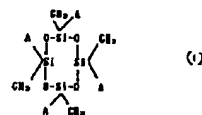
(54)【発明の名称】 有機けい素化合物およびその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 多官能性シランカップリング剤、シリコン樹脂用架橋剤の合成に有用とされる、文献未載の新規な有機けい素化合物を提供する。

【構成】 本有機けい素化合物は一般式(1)

で示され、Aは水素原子または式-R¹-Si(CH₃)_{3-n}X_n(R¹は炭素数4以上の2価の有機基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)で示される基で、4個のAのうち少なくとも1個は式-R¹-Si(CH₃)_{3-n}X_n基であるものであり、このものは1, 3, 5, 7-テトラメチルシクロテトラシロキサンと一般式(2)で示され、R²が炭素数2以上の2価の有機基、R³は水素原子またはメチル基、Xが加水分解性基、nが1, 2または3であるオルガノシランとを遷移金属化合物の存在下で反応させて得ることができる。

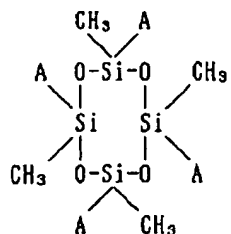


1

【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式

【化1】

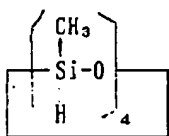


【ここにAは水素原子または式 $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ (R^1 は炭素数4以上の2価の有機基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)で示される基で、4個のAの中少なくとも1個は $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ 基である】で示される有機けい素化合物。

【請求項2】加水分解性基(X)がアルコキシ基である請求項1に記載した有機けい素化合物。

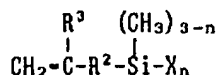
【請求項3】式

【化2】



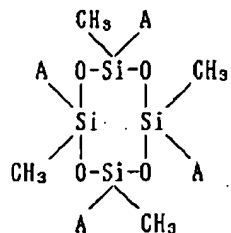
で示される1,3,5,7-テトラメチルシロキサンと一般式

【化3】



【ここに R^2 は炭素数2以上の2価の有機基、 R^3 は水素原子またはメチル基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)で示される分子鎖末端に不飽和二重結合を有するオルガノシランとを、遷移金属化合物の存在下で反応させて一般式

【化4】



【ここにAは水素原子または式 $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ (R^1 は炭素数4以上の2価の有機基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)で示される基で、4個のAの中少なくとも1個は $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ 基である】で示される有機けい素化合物を得ることを特徴とする有機けい素化合物の製造方法。

【請求項4】遷移金属が白金、ロジウム、ルテニウム、

2

パラジウムから選択されるものである請求項3に記載した有機けい素化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

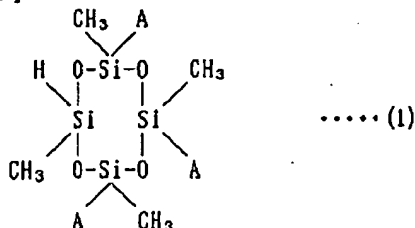
【産業上の利用分野】本発明は文献未載の新規な有機けい素化合物、特に多官能性シランカップリング剤や異官能性シランカップリング剤、さらにはシリコン樹脂用架橋剤の合成に有用とされる新規な有機けい素化合物に関するものである。

10 【0002】

【発明の構成】本発明は文献未載の新規な有機けい素化合物およびその製造方法に関するものであり、このものは一般式

【0003】

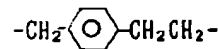
【化5】



【0004】で示され、Aは水素原子または式 $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ で示される基で、 R^1 は $-CH_2-CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH(CH_3)CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 、 $-CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2CH_2-$ 、

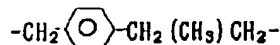
【0005】

【化6】



【0006】

【化7】



【0007】

【化8】



【0008】などで示される炭素数4以上の2価の有機基、Xは $-OCH_3$ 、 $-OCH_2CH_3$ 、 $-OCH_2CH_2CH_2CH_3$ 、 $-O-C(=CH_2)H_2$ 、 $-O-COCH_3$ 、 $-O-N=C(=CH_3)-CH_2CH_3$ 、 $-Cl$ 、 $-NH_2$ など、好ましくは保存時、使用時の安定性から $-OCH_3$ 、 $-OCH_2CH_3$ などのアルコキシ基とされる加水分解性基、nは1, 2または3であり、この4個のAのうち少なくとも1個は上記の $-R^1-Si-(CH_3)_{3-n}X_n$ 基であるものである。

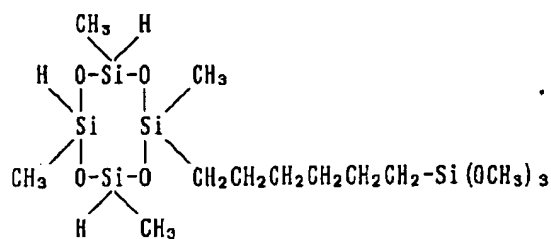
【0009】この一般式(1)で示される有機けい素化合物としては

【0010】

【化9】

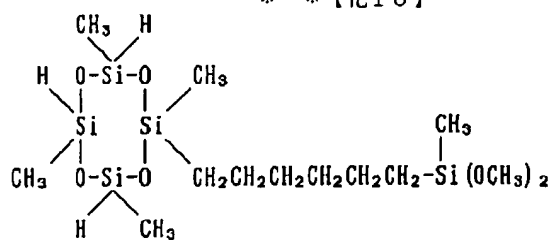
3

4



【0011】

* * 【化10】

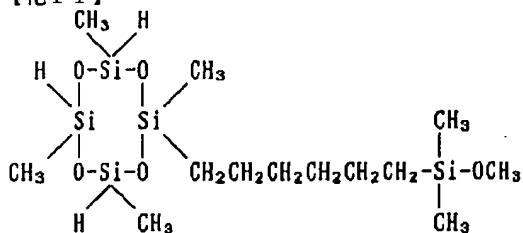


【0012】

※ 【0013】

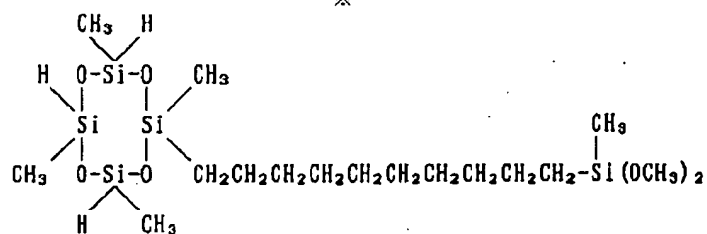
【化11】

【化12】



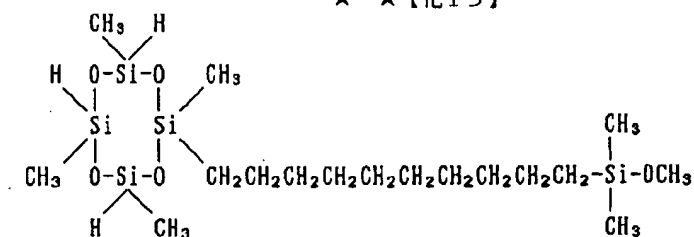
20

※



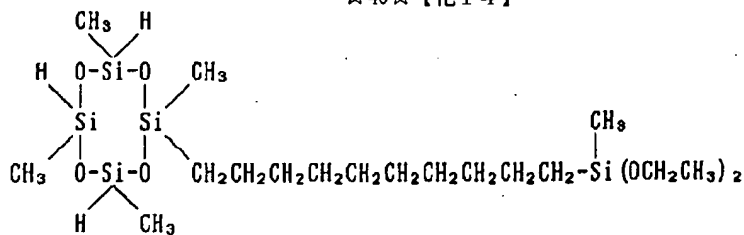
【0014】

★ ★ 【化13】



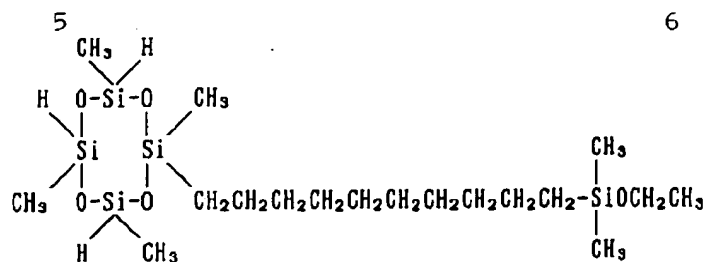
【0015】

☆40☆ 【化14】



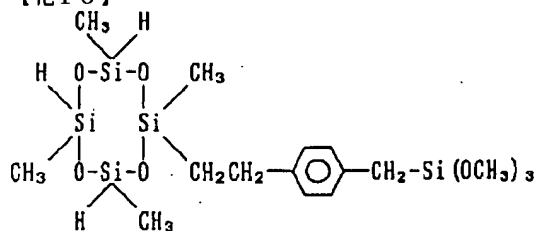
【0016】

◆ ◆ 【化15】



【0017】

【化16】

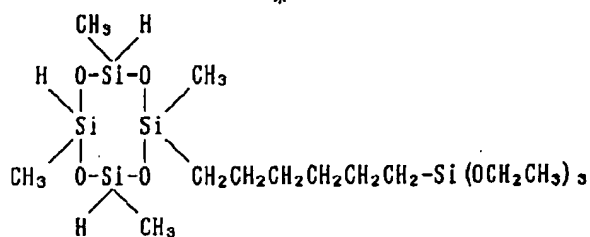


* 【0018】

【化17】

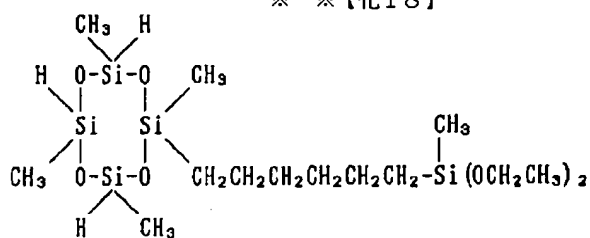
10

*



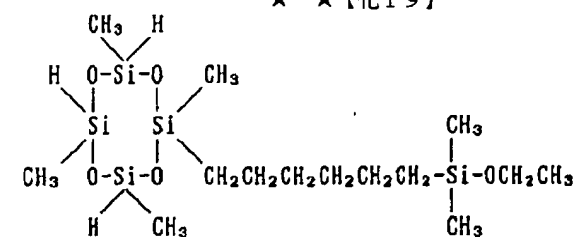
【0019】

※ ※ 【化18】



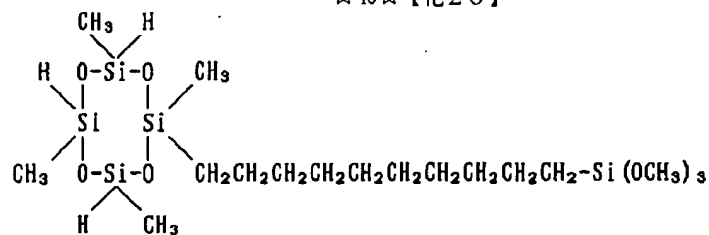
【0020】

★ ★ 【化19】



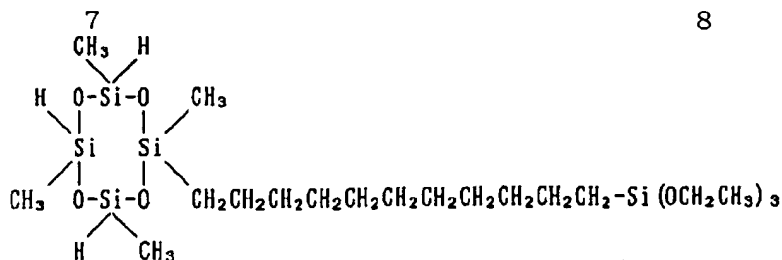
【0021】

☆40☆ 【化20】



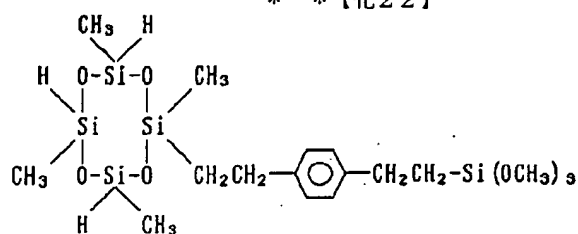
【0022】

◆ ◆ 【化21】



【0023】

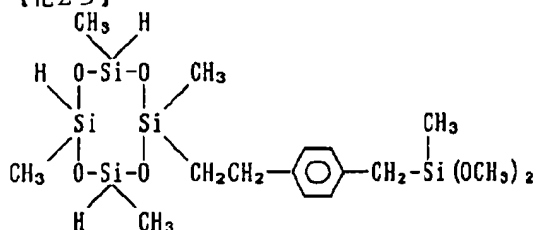
* * 【化22】



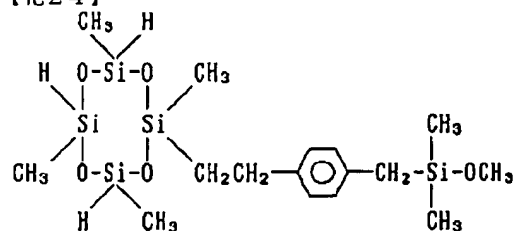
【0024】

※ 【化24】

【化23】



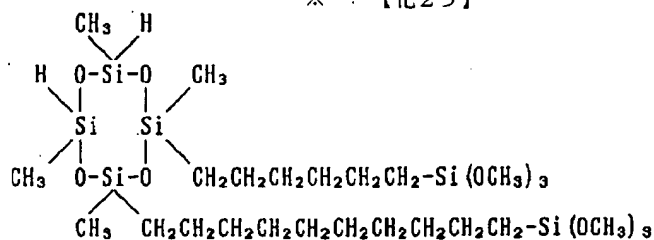
20



【0026】

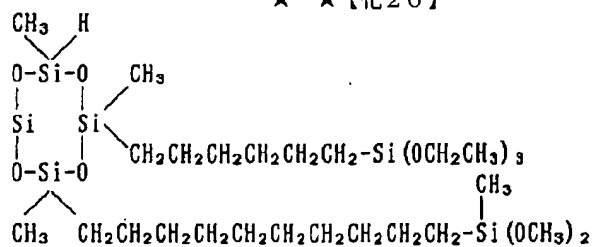
【0025】

※ 【化25】



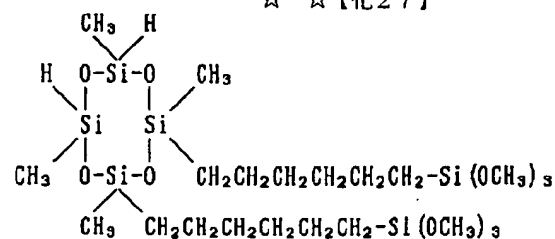
【0027】

★ ★ 【化26】



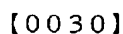
【0028】

☆ ☆ 【化27】

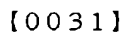


【0029】

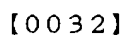
◆50◆ 【化28】



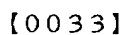
* * 【化29】



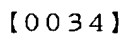
※ ※【化30】



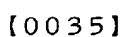
★ ★【化31】



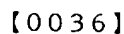
☆ ☆ 【化32】



【化33】

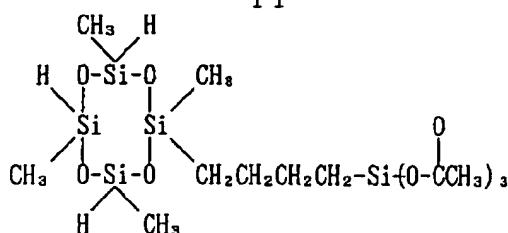


◆【化34】



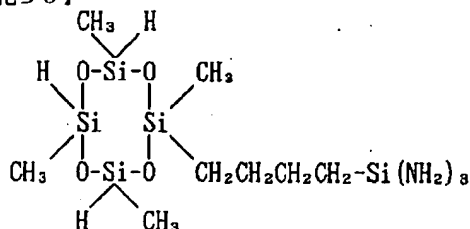
◆50 【化35】

1 1



【0037】

【化36】

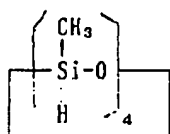


【0038】などが例示されるが、これはこの具体例に限定されるものではない。

【0039】また、本発明の有機けい素化合物は式

【0040】

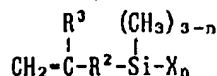
【化37】



【0041】で示される1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサンと一般式

【0042】

【化38】



【0043】で示され、 R^2 が炭素数2以上の2価の有機基、 R^3 が水素原子またはメチル基、 X が加水分解性基、 n が1, 2または3であるオルガノシランとを遷移金属化合物の存在下に反応させることによって得ることができる。

【0044】なお、上記における R^2 は前記した R^1 の例示から $-\text{CH}_2-\text{CH}_2-$ を除いたものであり、加水分解性基 X は前記と同じものであるが、ここに使用される前記した式(2)で示されるオルガノシランとしては下記のもの。

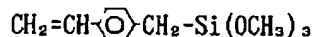
【0045】 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{O}-\text{COCH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{COCH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{O}-\text{N}=\text{CCH}_3-\text{CH}_2\text{CH}_3)_3$

1 2

 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{N}=\text{CCH}_3-\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{NH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3(\text{NH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCl}_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCH}_3\text{Cl}_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{OCH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$ 10 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCCH}_3=\text{CH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{OCCH}_3\text{CH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3\text{Cl}_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{NH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{OCH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_2$ 20 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3\text{Cl}_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{NH}_2)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{OCH}_3)_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$ 30 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCl}_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3\text{Cl}_2$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{Si}(\text{NH}_2)_3$ $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_2\text{SiCH}_3(\text{NH}_2)_2$

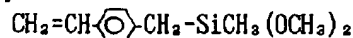
【0046】

【化39】



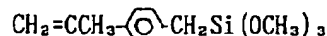
【0047】

【化40】



【0048】

【化41】



【0049】

【化42】



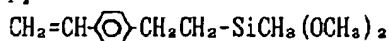
50 【0050】

【化43】



【0051】

【化44】



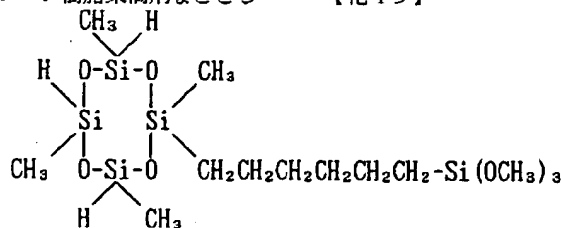
【0052】が例示されるし、ここに使用される遷移金属化合物としては白金、ロジウム、ルテニウム、パラジウム系の化合物が特に好ましいものとされる。

【0053】この反応はヒドロシリル化反応であり、使用される遷移金属化合物は触媒として作用するものであるが、この反応条件は室温から150℃位の範囲とすればよく、これはトルエン、キシレン、THF、ジオキサンなどの溶剤存在下でもよい。

【0054】また、この反応は本発明の有機けい素化合物が≡Si-H基を含有するものであることから、部分ヒドロシリル化反応させる必要があるので、過剰の1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサンとヒドロシリル化触媒との混合物中に末端不飽和二重結合含有オルガノシランを滴下して反応させればよいが、この際のテトラメチルシクロテトラシロキサン/末端不飽和二重結合含有オルガノシランのモル比はこれが0.3未満であると有機官能基を導入するための手掛りとなる≡Si-H基がほとんど残存しなくなり、10.0より多くすると目的物のポット収率が低くなり過ぎてコスト的に不利となるので、0.3～10.0の範囲とすればよいが、この好ましい範囲は0.5～5.0とされる。

【0055】本発明の有機けい素化合物はこのヒドロシリル化反応終了後、蒸溜精製して使用すればよいが、これは低沸点分を溜去したのちの混合物をそのまま使用してもよく、さらには必要に応じて窒素原子または硫黄原子を含有する化合物を投入してヒドロシリル化触媒を失活させてその安定性を向上させてもよい。

【0056】このようにして作られた本発明の有機けい素化合物は1分子中に≡Si-H基と少なくとも1個の-R¹-Si(CH₃)_{3-n}-X_n基を有しているので、これは多官能性シランカップリング剤や異官能性シランカップリング剤の合成原料として、およびシリコーン樹脂架橋剤などとし*



【0061】で示されるものであることが確認された。

【0062】＜分析結果＞

a) 元素分析

※

50

b) ¹H-NMRスペクトル分析

*で有用とされる。

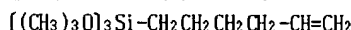
【0057】すなわち、本発明の有機けい素化合物とアリルグリシジルエーテル、アリルメタクリレート、3,4-エポキシ-1-ビニルシクロヘキサン、アリルクロライドなどのビニル基含有化合物の1種類とを、遷移金属化合物の存在下でヒドロシリル化反応させると、有機官能基を複数個有する多官能性シランカップリング剤とすることができるし、このビニル基含有化合物を2種類以上とすれば異種の有機官能基を1分子中に合わせもつ異官能性シランカップリング剤を合成することができる。なお、このシリコーン樹脂の架橋剤としてはこのまま使用することができるが、これは付加/縮合兼用タイプとすることもできる。

【0058】

【実施例】つぎに本発明の実施例をあげる。

実施例1

攪拌機、ジムロート冷却管、温度計、滴下漏斗を備え付けた1Lの反応器に、窒素雰囲気下で1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン（以下化合物-Aと略記する）を432g（1.8モル）仕込み、60℃まで昇温し、ここに塩化白金酸0.5重量%含有エタノール溶液を1.2g添加したのち、直ちに式



で示される6-トリメトキシシリル-1-ヘキセン（化合物-1）123.6g（0.6モル）を60～65℃の温度を維持するようにゆっくり滴下し、滴下終了後65～70℃で1時間加熱攪拌したのち蒸溜したところ、沸点が161～163℃/3 Torrで無色透明な液体182.0g（収率46.7%）が得られた。

【0059】このものはガスクロマトグラフ分析により純度が96.3%であり、これは粘度5.35cS、比重1.026、屈折率1.4198という物性を示した。ついて、このものについて赤外吸収スペクトル分析、核磁気共鳴スペクトル分析、マススペクトル分析および元素分析を行なったところ、下記のとおり結果が得られ、このIR、NMRについては図1、図2に示したとおり結果が得られたので、これは式

【0060】

【化45】

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|-------|
| 理論値 | 31.57% | 35.10% | 8.16% |
| 分析値 | 31.78% | 35.01% | 8.11% |

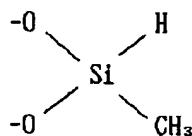
15

化学シフト (δ)

4.6 ~4.8ppm(broad s, 3H): $\equiv\text{Si-H}$,
 3.46ppm(s, 9H) : $-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$,
 1.1 ~1.6ppm(m, 8H):
 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si} \equiv$,
 0.3 ~0.8ppm(m, 4H):
 $(\text{CH}_3\text{O})\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{Si} \equiv$,
 0.16ppm(broad s, 9H):

【0063】

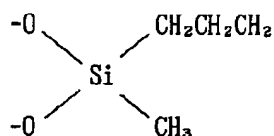
【化46】



【0064】0.08ppm(s, 3H) :

【0065】

【化47】



20

【0066】c) IRスペクトル分析

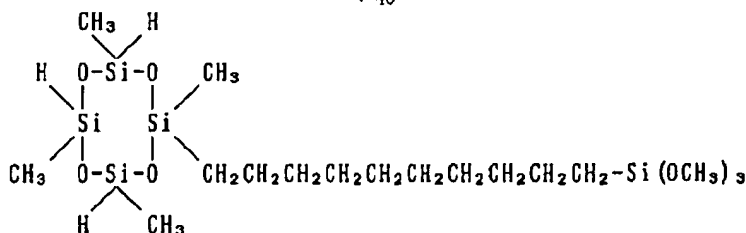
【0067】

【化48】

2,167 cm^{-1} : $\equiv\text{Si-H}$,
 2,841 cm^{-1} }
 1,194 cm^{-1} } : $\equiv\text{Si-OCH}_3$,
 1,096 cm^{-1} }
 447 cm^{-1} }
 1,096 cm^{-1} : $\equiv\text{Si-O-Si} \equiv$,
 1,261 cm^{-1} }
 1,409 cm^{-1} } : $\equiv\text{Si-CH}_3$,
 773 cm^{-1} }

30

* 40



【0071】で示されるものであることが確認された。

【0072】<分析結果>

a) 元素分析

50

16

* 【0068】実施例2

化合物-A 720 g (3.0 モル) と式 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2$ で示される10-トリメトキシシリル-1-デセン (化合物-2) 260 g とを用いて実施例1と同様に合成反応を行なったところ、沸点が185 ~188 $^{\circ}\text{C}/3\text{Torr}$ で無色透明の液体233.5 g が得られたが、このものはガスクロマトグラフ分析により純度が97.6%であり、これは粘度9.72cS、比重1.003、屈折率1.4268という物性を示した。

10 【0069】について、このものについて赤外吸収スペクトル分析、核磁気共鳴スペクトル分析、マスマススペクトル分析および元素分析を行なったところ、下記のとりの結果が得られたので、これは式

【0070】

【化49】

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|--------|
| 理論値 | 28.03% | 40.76% | 8.85 % |
| 分析値 | 28.18% | 40.69% | 8.83 % |

b) ^1H -NMRスペクトル分析

化学シフト (δ)

4.6 ~ 4.8ppm (broad s, 3H): $\equiv\text{Si-H}$,

3.45ppm (s, 9H): $-\text{Si}(\text{OCH}_3)_3$,

1.1 ~ 1.6ppm (m, 16H):

$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si-CH}_2(\text{CH}_2)_4\text{CH}_2\text{-Si} \equiv$,

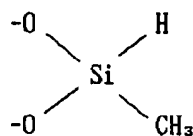
0.3 ~ 0.8ppm (m, 4H):

$(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si-CH}_2(\text{CH}_2)_8\text{CH}_2\text{-Si} \equiv$,

0.15ppm (broad s, 9H):

【0073】

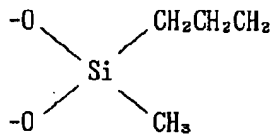
【化50】



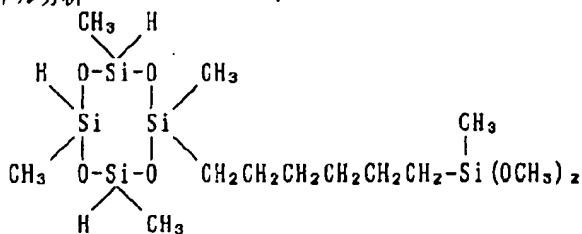
【0074】0.08ppm (s, 3H):

【0075】

【化51】

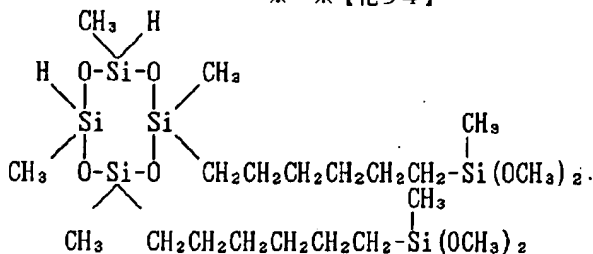


【0076】c) IRスペクトル分析



【0080】

※ ※ 【化54】



【0081】

★ ★ 【化55】

* 【0077】

【化52】

2,168 cm^{-1} : $\equiv\text{Si-H}$,

2,842 cm^{-1}

1,191 cm^{-1}

1,088 cm^{-1}

1,088 cm^{-1}

10

1,261 cm^{-1}

1,408 cm^{-1}

773 cm^{-1}

: $\equiv\text{Si-O-Si} \equiv$,

: $\equiv\text{Si-CH}_3$

【0078】実施例3

化合物-A 840g (3.5 mol) と式 $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{-Si}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-CH=CH}_2$ で示される 6-ジメトキシメチルシリル-1-ヘキセン (化合物-3) 133g (0.7 mol) とを用いて実施例12と同様に合成反応を行ない、合成終了後低溜去したところ、式

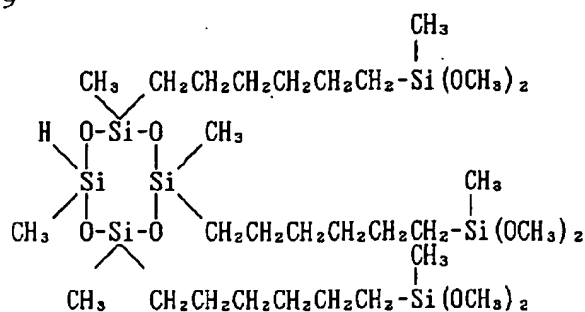
20

【0079】

【化53】

19

20



【0082】の3種の有機けい素化合物の混合物234.1gが得られ、このものの≡Si-H含有量をアルカリ水により発生する水素ガスを定量することによってしらべたところ0.0057モル/gであった。

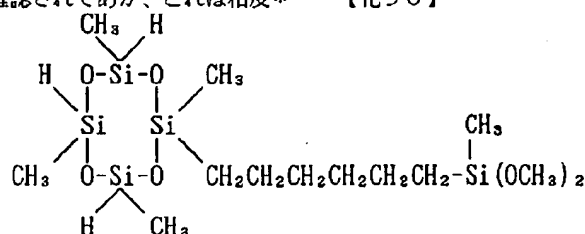
【0083】ついで、この混合物を蒸留したところ、沸点145～142℃/3Torrで無色透明の液体165.3g(収率54.9%)が得られ、このものはガスクロマトグラフ分析で純度97.5%であることが確認されたが、これは粘度*

*5.23cS、比重1.001、屈折率1.4420という物性を示した。

【0084】つぎに、このものについて赤外線吸収スペクトル分析、核磁気共鳴スペクトル分析および元素分析を行なったところ、下記のとおりの結果が得られたので、これは式

【0085】

【化56】



【0086】で示されるものであることが確認された。

【0087】<分析結果>

a) 元素分析

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|-------|
| 理論値 | 32.75% | 36.41% | 8.46% |
| 分析値 | 32.96% | 36.28% | 8.41% |

b) ¹H-NMRスペクトル分析

化学シフト(δ)

4.65～4.85ppm(broad s, 3H): ≡Si-H,

3.42ppm(s, 6H): -SiCH₃-(OCH₃)₂,

1.1～1.6ppm(m, 8H):

(CH₃O)₂SiCH₃-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si ≡,

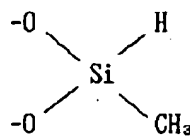
0.35～0.85ppm(m, 4H):

(CH₃O)₂SiCH₃-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si ≡,

0.23ppm(broad s, 9H):

【0088】

【化57】

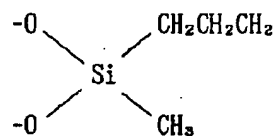


0.15ppm(s, 3H):

【0089】

【化58】

※



30

【0090】0.05ppm(s, 3H): (CH₃O)₂SiCH₃-

c) IRスペクトル分析

【0091】

【化59】

| | |
|-----------------------|------------------------|
| 2.169cm ⁻¹ | : ≡Si-H |
| 2.838cm ⁻¹ | : ≡Si-OCH ₃ |
| 1.193cm ⁻¹ | |
| 1.087cm ⁻¹ | |
| 1.087cm ⁻¹ | : ≡Si-O-Si≡ |
| 1.261cm ⁻¹ | : ≡Si-CH ₃ |
| 1.408cm ⁻¹ | |
| 772cm ⁻¹ | |

40

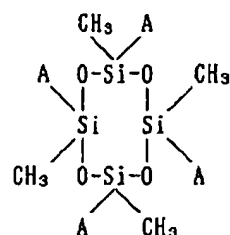
※50 【0092】

21

【発明の効果】本発明は文献未載の新規な有機けい素化合物およびその製造方法に関するものであり、これは前記したように一般式

【0093】

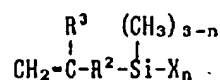
【化60】



〔ここにAは水素原子または $-\text{R}^1-\text{Si}(\text{CH}_3)_{3-n}\text{X}_n$ (R^1 は2価炭化水素基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)〕で示される有機けい素化合物、および1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサと

【0094】

【化61】

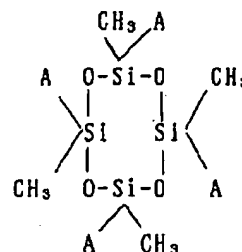


22

(R^2 は2価炭化水素基、 R^3 は水素原子またはメチル基、X, nは前記に同じ)で示されるオルガノシランとを遷移金属化合物の存在下で反応させる前記有機化合物の製造方法を要旨とするものであるが、この有機化合物はその分子中に $\equiv\text{Si}-\text{H}$ 基と $-\text{R}^1-\text{Si}(\text{CH}_3)_{3-n}\text{X}_n$ 基を有しているので多官能性シランカップリング剤、異官能性シランカップリング剤、シリコーン樹脂架橋剤の合成に特に有用とされるというものである。

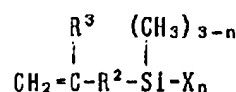
【化62】

10

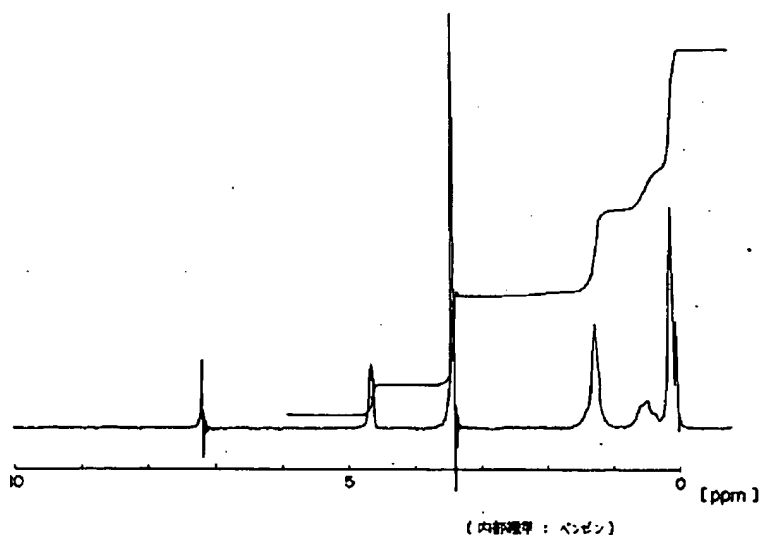


【化63】

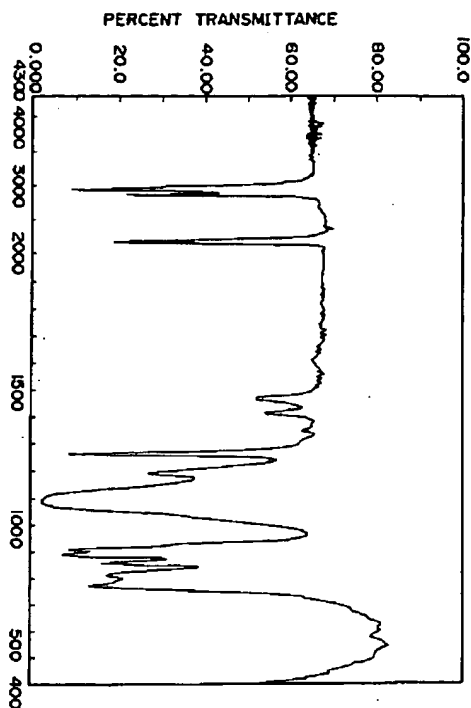
20



【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成3年1月18日

【補正内容】

【手続補正1】

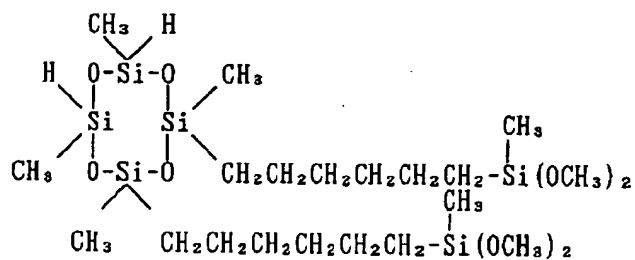
【0080】

【補正対象書類名】明細書

【化54】

【補正対象項目名】0080

【補正方法】追加



【手続補正2】

【補正内容】

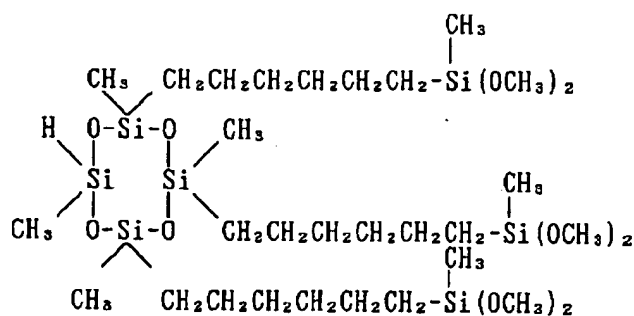
【補正対象書類名】明細書

【0081】

【補正対象項目名】0081

【化55】

【補正方法】追加



【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

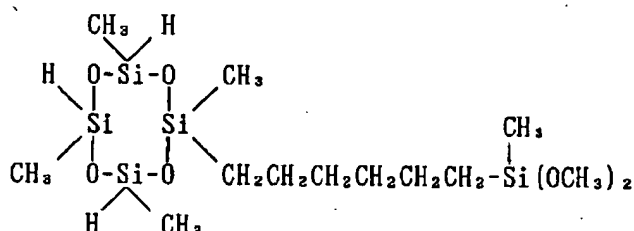
【補正対象項目名】0085

【補正方法】追加

【補正内容】

【0085】

【化56】



【手続補正書】

【提出日】平成3年8月8日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

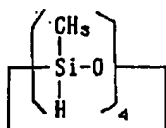
【補正対象項目名】請求項3

【補正方法】変更

【補正内容】

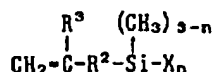
【請求項3】式

【化2】



で示される1, 3, 5, 7-テトラメチルシクロテトラ
シロキサンと一般式

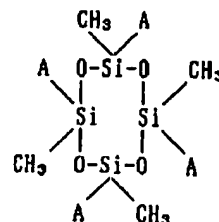
【化3】



(ここにR²は炭素数2以上の2価の有機基、R³は水
素原子またはメチル基、Xは加水分解性基、nは1, 2
または3)で示される分子鎖末端に不飽和二重結合を有
するオルガノシランとを、遷移金属化合物の存在下で反

応させて一般式

【化4】



[ここにAは水素原子または式-R¹-Si(CH₃)_{3-n}X_n(R¹は炭素数4以上の2価の有機基、Xは
加水分解性基、nは1, 2または3)で示される基で、
4個のAの中少なくとも1個は-R¹-Si(CH₃)_{3-n}X_n基である]で示される有機けい素化合物を得
ることを特徴とする有機けい素化合物の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

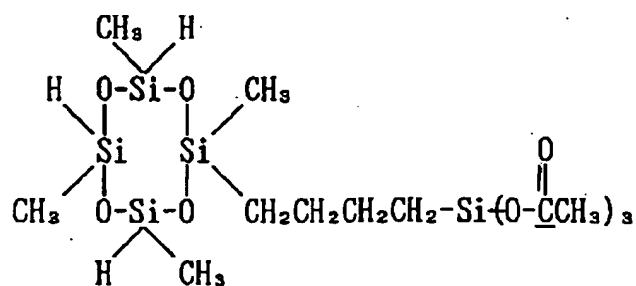
【補正対象項目名】0081

【補正方法】変更

【補正内容】

【0081】

【化35】



【手続補正3】

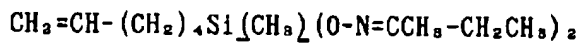
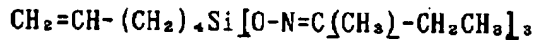
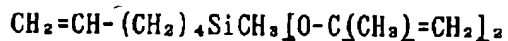
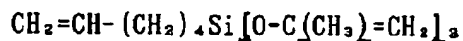
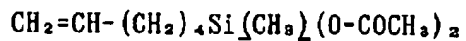
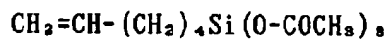
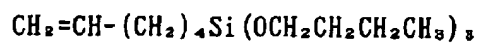
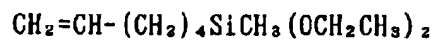
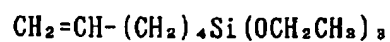
【補正内容】

【補正対象書類名】明細書

【0045】

【補正対象項目名】0045

【補正方法】変更



$\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OCH}_3)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{O}-\text{CCH}_3=\text{CH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_4\text{SiCl}_2$

 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{NH}_2)_2$
 $\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{CH}_2)_{12}\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{NH}_2)_2$

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

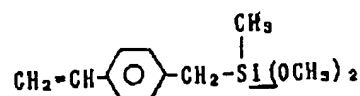
【補正対象項目名】0047

【補正方法】変更

【補正内容】

【0047】

【化40】



【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

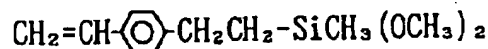
【補正対象項目名】0051

【補正方法】変更

【補正内容】

【0051】

【化44】



【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

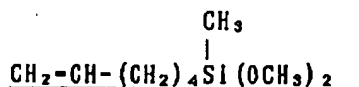
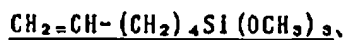
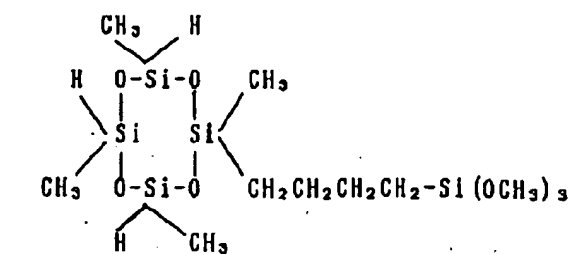
【補正対象項目名】0060

【補正方法】追加

【補正内容】

【0060】

【化45】



【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0072

【補正方法】変更

【補正内容】

【0072】<分析結果>

a) 元素分析

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|-------|
| 理論値 | 28.03% | 40.76% | 8.85% |
| 分析値 | 28.18% | 40.69% | 8.83% |

b) ^1H -NMRスペクトル分析化学シフト (δ)4.6~4.8ppm (broad s, 3H) : $\equiv\text{Si}-\text{H}$,3.45ppm (s, 9H) : $-\text{Si}(\text{OC}$ $\text{H}_3)_3$,

1.1~1.6ppm (m, 16H) :

 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2(\text{CH}_2)_8\text{H}_2-\text{Si}$ \equiv ,

0.3~0.8ppm (m, 4H) :

 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2(\text{CH}_2)_8\text{CH}_2-\text{Si}$ \equiv ,

0.15ppm (broad s, 9H) :

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0083

【補正方法】変更

【補正内容】

【0083】ついで、この混合物を蒸留したところ、沸点145~142℃/3Torrで無色透明の液体165.3g (収率54.9%) が得られ、このものはガスクロマトグラフ分析で純度97.5%であることが確認された。これは粘度5.23cS、比重1.001、

屈折率1.4420という物性を示した。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

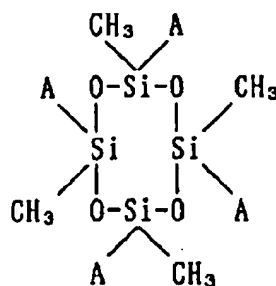
【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正内容】

【0093】

【化60】



【ここにAは水素原子または $-\text{R}^1-\text{Si}(\text{CH}_3)_3-n\text{X}_n$ (R^1 は2価炭化水素基、Xは加水分解性基、nは1, 2または3)】で示される有機けい素化合物、および1, 3, 5, 7-テトラメチルシクロテトラシロキサンと

【手続補正書】

【提出日】平成4年5月13日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】追加

【補正内容】

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、本発明の実施例1で得られた有機けい素化合物のNMRスペクトル分析の結果を示した図である。

【図2】図2は、本発明の実施例1で得られた有機けい素化合物のIRスペクトル分析の結果を示した図である。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-004995

(43)Date of publication of application : 14.01.1993

(51)Int.Cl.

C07F 7/21
B01J 27/13
C08L 83/04
// C07B 61/00

(21)Application number : 03-017164

(71)Applicant : SHIN ETSU CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 17.01.1991

(72)Inventor : YAMATANI MASAOKI

(54) ORGANOSILICON COMPOUND AND PRODUCTION THEREOF

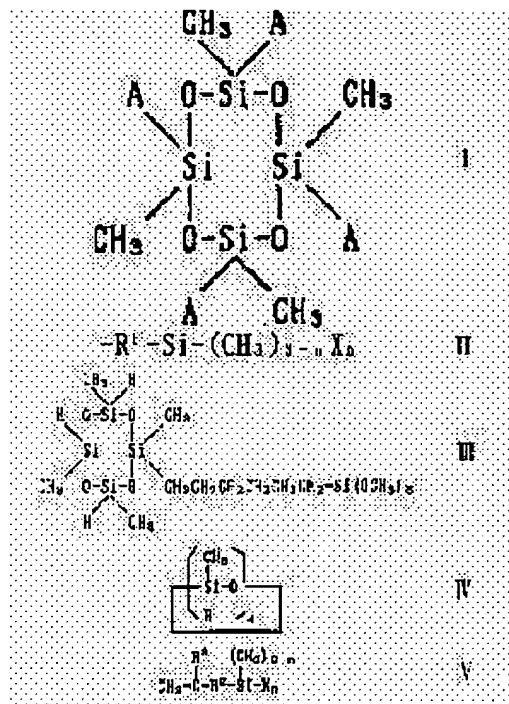
(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the title new compound useful for synthesizing multifunctional silane coupling agents, cross-linking agents for silicone resins, etc.

CONSTITUTION: The objective organosilicon compound of formula I [A is H or of formula II (R¹ is ≥ 4 C divalent organic group; X is hydrolyzable group; n is 1-3); however, at least one of four As being of formula II], for example, a compound of formula III. The present compound can be obtained by reaction in the presence of a transition metal compound (pref. platinum or palladium) between (A) 1,3,5,7-tetramethylcyclotetrasiloxane of formula IV and (B) a

unsaturated double bond-terminated organosilane of formula V (R² is ≥ 2 C divalent organic group; R³ is H or methyl). The reaction is preferably made at room temperature to 150°C. The compound of the

formula V is e.g. 6-trimethoxysilyl-1-hexane.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.03.1994

[Date of sending the examiner's decision of 14.01.1997

rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

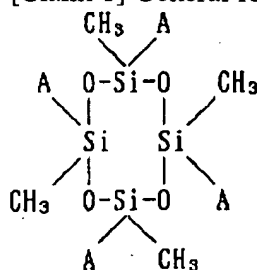
JPO and INPTT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

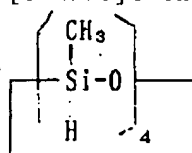
[Claim 1] General formula [** 1]



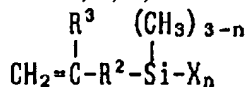
It is the organic silicon compound shown by [it is the radical A is indicated to be here by the hydrogen atom or formula-R1-Si-(CH3)3-nXn (a hydrolysis nature machine and n are [R1] 1, 2, or 3 for a with a carbon numbers of four or more divalent organic radical and X), and at least one piece is a -R1-Si-(CH3)3-nXn radical in four A].

[Claim 2] The organic silicon compound indicated to claim 1 whose hydrolysis nature machine (X) is an alkoxy group.

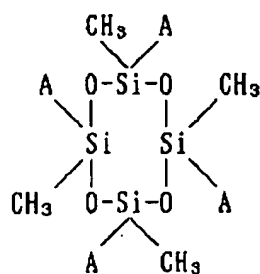
[Claim 3] Formula [** 2]



The 1, 3, 5, and 7-tetramethyl siloxane come out of and shown, and a general formula [** 3]



(-- R2 reacts a with a carbon numbers of two or more divalent organic radical and the organosilane to which R3 has a partial saturation double bond at the chain end a hydrogen atom or a methyl group, and X are shown by the hydrolysis nature machine, and n is indicated to be by 1, 2, or 3) under existence of a transition-metals compound here -- making -- a general formula [** 4]



It is the radical A is indicated to be here by the hydrogen atom or formula-R1-Si(CH3)3-nXn (a hydrolysis nature machine and n are [R1] 1, 2, or 3 for a with a carbon numbers of four or more divalent organic radical and X). [-- At least one piece is the manufacture approach of the organic silicon compound characterized by obtaining the organic silicon compound shown by] which is a -R1-Si(CH3)3-nXn radical in four A.

[Claim 4] The manufacture approach of the organic silicon compound indicated to claim 3 whose transition metals are what is chosen from platinum, a rhodium, a ruthenium, and palladium.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

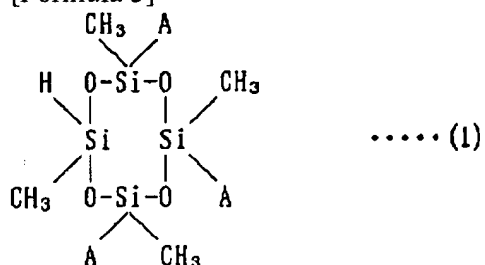
[0001]

[Industrial Application] This invention relates to the new organic silicon compound, especially polyfunctional silane coupling agent of reference non-**, a different functionality silane coupling agent, and the new organic silicon compound made still more useful to composition of a silicone resin frame-common-equipment pons agent.

[0002]

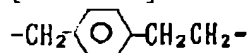
[Elements of the Invention] This invention relates to the new organic silicon compound and its manufacture approach of reference non-**, and this thing is a general formula [0003].

[Formula 5]



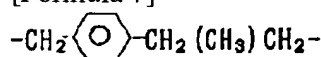
[0004] It is come out and shown and A is the radical shown by the hydrogen atom or formula-R1-Si(CH3)3-nXn. R1 -CH2-CH2CH2CH2-, -CH2CH(CH3) CH2-, -CH2CH2CH2CH2CH2CH2-, -CH2CH2CH2CH2CH2CH2CH2CH2CH2CH2-, [0005]

[Formula 6]



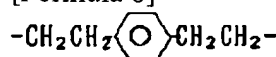
[0006]

[Formula 7]



[0007]

[Formula 8]

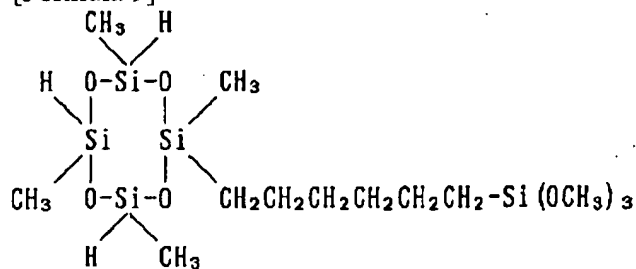


[0008] A with a carbon numbers of four or more shown by **** divalent organic radical and X -OCH3, -OCH2CH3, -OCH2CH2CH2CH3, -O-CCH3=CH2, -O-COCH3, -O-N=CCH3-CH2CH3, -Cl, -NH2 etc. -- desirable -- the time of preservation -- the stability at the time of use to -OCH3, and -OCH2CH3 etc. -- the

hydrolysis nature machine made into an alkoxy group -- n is 1, 2, or 3 and at least one of these four A is the above-mentioned -R1-Si(CH₃)_{3-n}X_n radical.

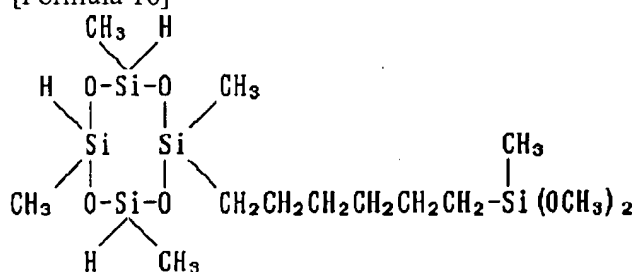
[0009] This general formula (1) As an organic silicon compound shown, it is [0010].

[Formula 9]



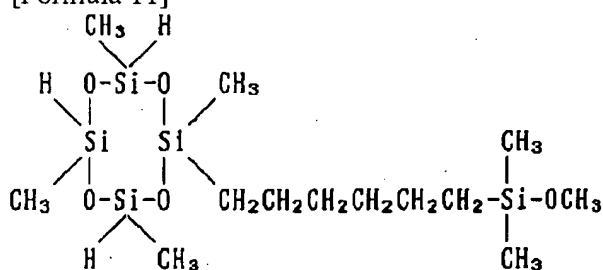
[0011]

[Formula 10]



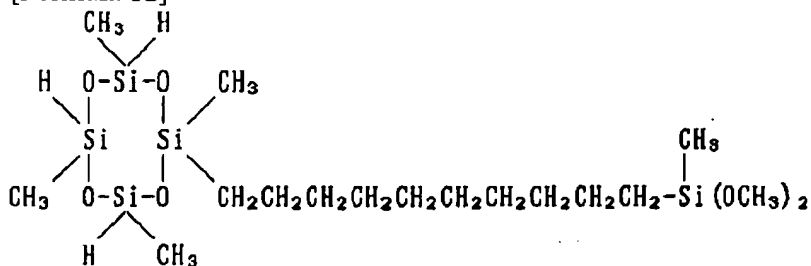
[0012]

[Formula 11]



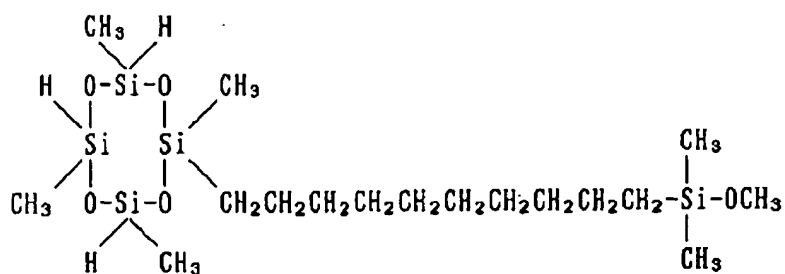
[0013]

[Formula 12]



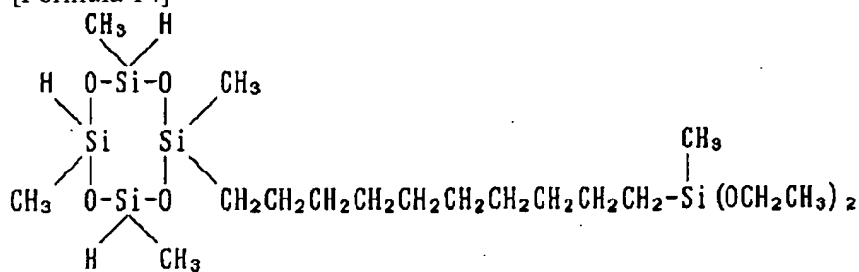
[0014]

[Formula 13]



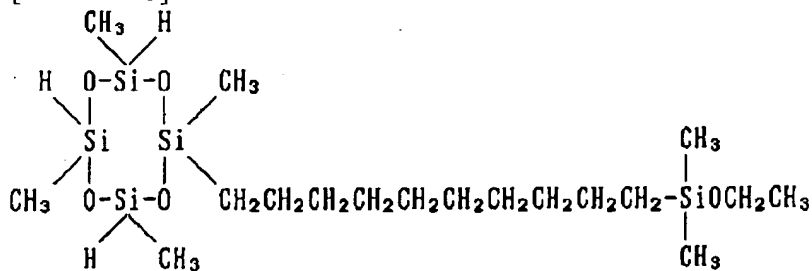
[0015]

[Formula 14]



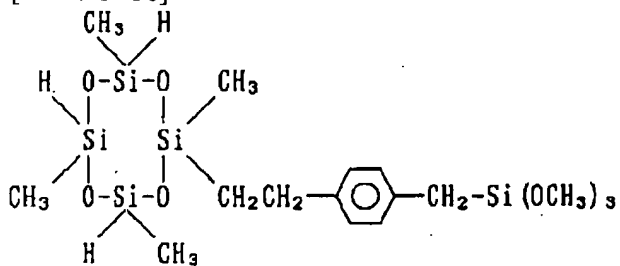
[0016]

[Formula 15]



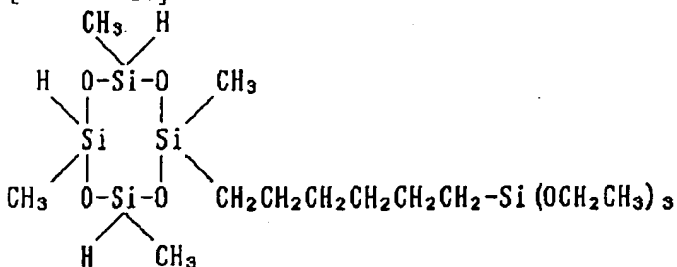
[0017]

[Formula 16]



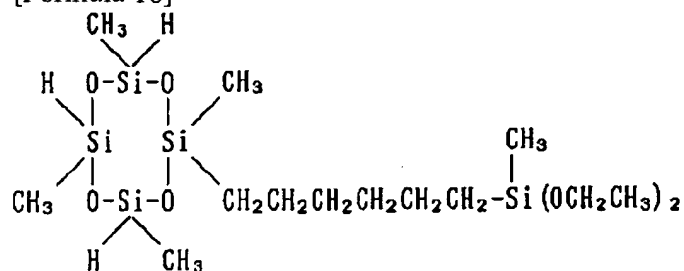
[0018]

[Formula 17]



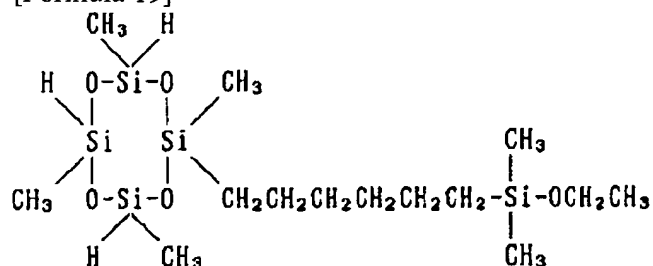
[0019]

[Formula 18]



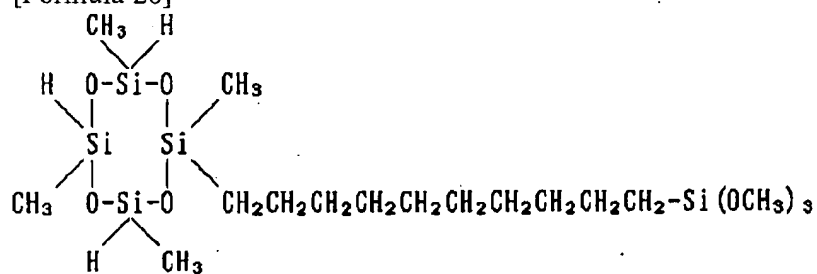
[0020]

[Formula 19]



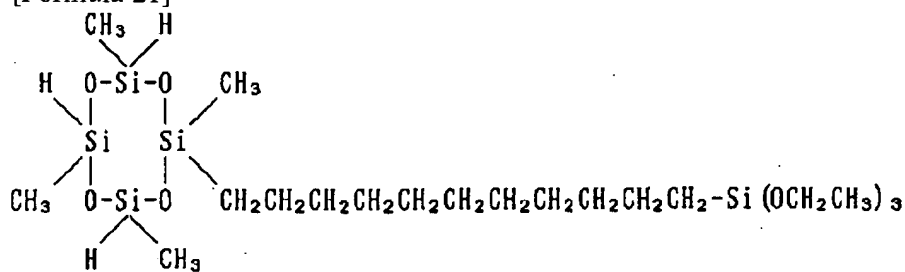
[0021]

[Formula 20]



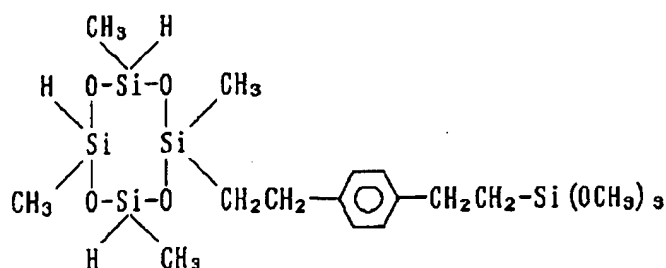
[0022]

[Formula 21]



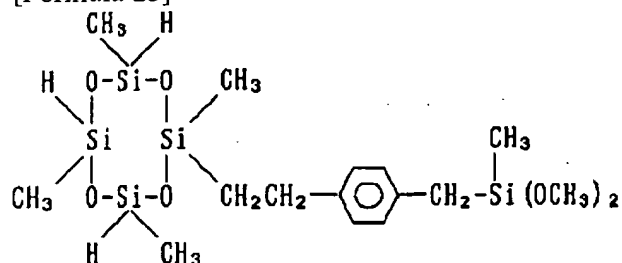
[0023]

[Formula 22]



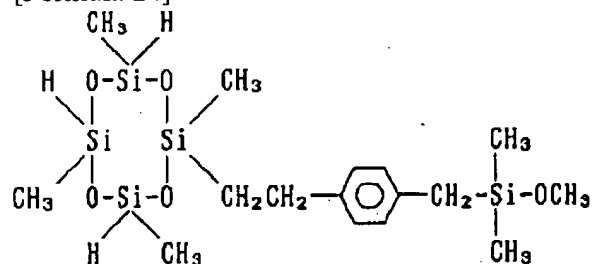
[0024]

[Formula 23]



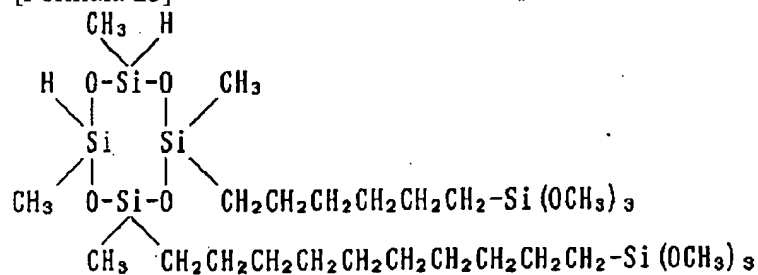
[0025]

[Formula 24]



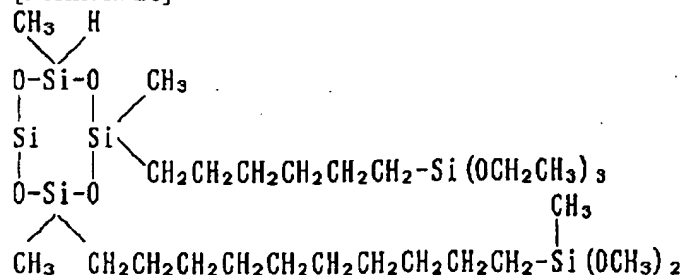
[0026]

[Formula 25]



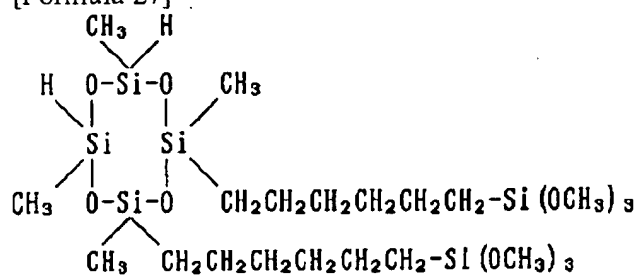
[0027]

[Formula 26]



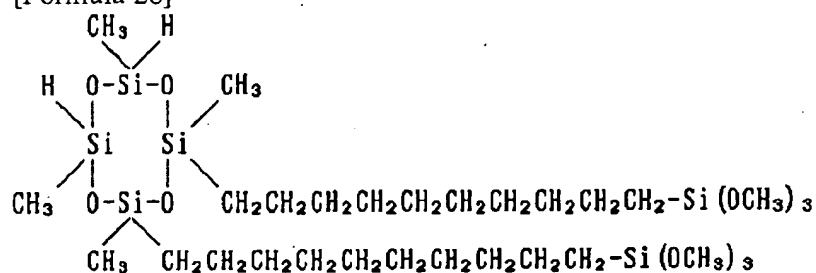
[0028]

[Formula 27]



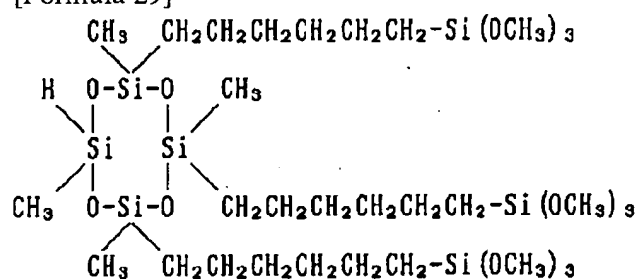
[0029]

[Formula 28]



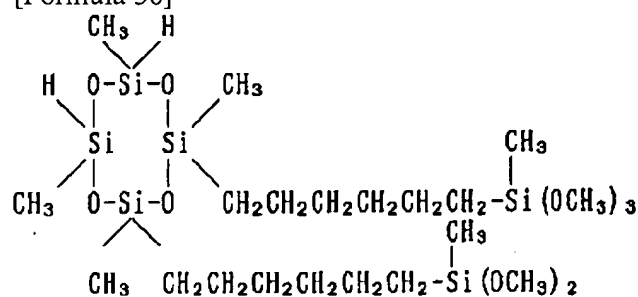
[0030]

[Formula 29]



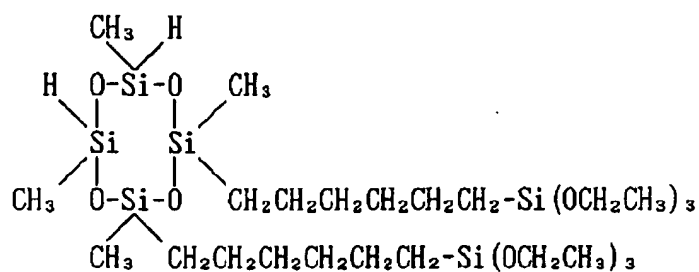
[0031]

[Formula 30]



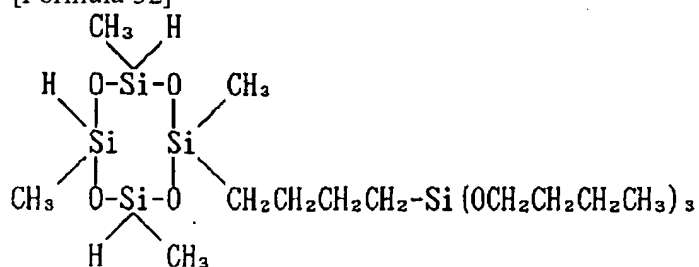
[0032]

[Formula 31]



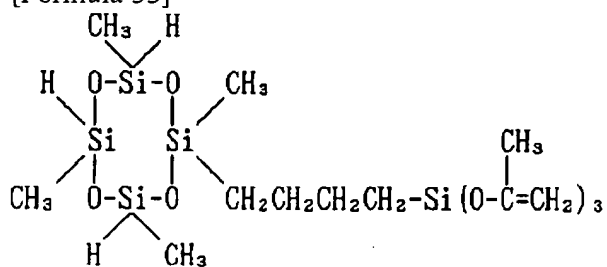
[0033]

[Formula 32]



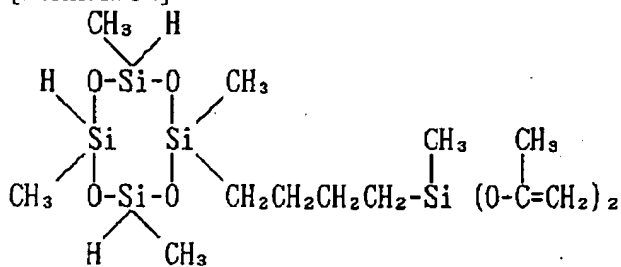
[0034]

[Formula 33]



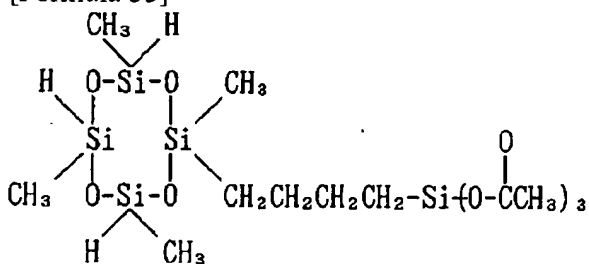
[0035]

[Formula 34]



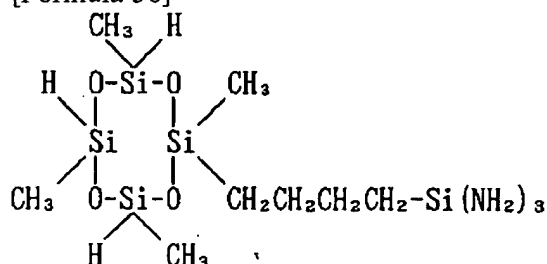
[0036]

[Formula 35]



[0037]

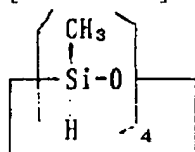
[Formula 36]



[0038] Although **** is illustrated, this is not limited to this example.

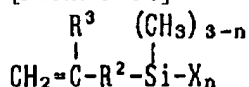
[0039] Moreover, the organic silicon compound of this invention is a formula [0040].

[Formula 37]



[0041] 1, 3, 5, and 7-tetramethyl cyclotetrasiloxane come out of and shown, and a general formula [0042]

[Formula 38]

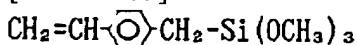


[0043] It comes out, and it is shown and R² can obtain by making a with a carbon numbers of two or more divalent organic radical and the organosilane a hydrolysis nature machine and whose n a hydrogen atom or a methyl group, and X are 1, 2, or 3 for R³ react to the bottom of existence of a transition-metals compound.

[0044] In addition, R² in the above is -CH₂-CH₂ from instantiation of Rabove mentioned 1. - As an organosilane which removes, and is shown by the above mentioned formula (2) used here although the hydrolysis nature machine X is the same as the above, it is as follows [0045].

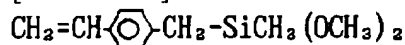
CH₂=CH- (CH₂)₄Si (OCH₂CH₃)₃CH₂=CH- (CH₂)₄SiCH₃ (OCH₂CH₃)₂CH₂=CH- (CH₂)₄Si (OCH₂CH₂CH₂CH₃)₃CH₂=CH- (CH₂)₄Si (O-COCH₃)₃CH₂=CH- (CH₂)₄SiCH₃ (O-COCH₃)₂CH₂=CH- (CH₂)₄Si (O-CCH₃=CH₂)₃CH₂=CH- (CH₂)₄SiCH₃ (O-CCH₃=CH₂)₂CH₂=CH- (CH₂)₄Si (O-N=CCH₃-CH₂CH₃)₃CH₂=CH- (CH₂)₄SiCH₃ (O-N=CCH₃-CH₂CH₃)₂CH₂=CH- 4Si (CH₂)₃CH₂=CH- (NH₂)₄SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (NH₂)₄SiCl₃CH₂=CH- (CH₂)₄SiCH₃Cl₂CH₂=CH- (CH₂)₂Si (CH₂)₃CH₂=CH- (OCH₃)₂SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (O-CH₂CH₃)₂Si (CH₂)₃CH₂=CH- (OCCH₃=CH₂)₂SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (OCCH₃CH₂)₂SiCl₃CH₂=CH- (CH₂)₂SiCH₃Cl₂CH₂=CH- (CH₂)₂Si (CH₂)₃CH₂=CH- (NH₂)₂SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (NH₂)₈Si (CH₂)₃CH₂=CH- (OCH₃)₈SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (OCH₃)₈Si (CH₂)₃CH₂=CH- (OCH₂CH₃)₈SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (OCH₂CH₃)₈Si (CH₂)₃CH₂=CH- (O-CCH₃=CH₂)₈SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (O-CCH₃=CH₂)₈SiCl₃CH₂=CH- (CH₂)₈Si (CH₂)₃CH₂=CH- (NH₂)₈SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (NH₂)₁₂Si (CH₂)₃CH₂=CH- (OCH₃)₁₂SiCH₃ (CH₂)₂CH₂=CH- (OCH₃)₁₂Si (CH₂)₃CH₂=CH- (O-CCH₃=CH₂)₁₂SiCH₃ (O-CCH₃=CH₂)₂CH₂=CH- (CH₂)₁₂SiCl₃CH₂=CH- (CH₂)₁₂SiCH₃Cl₂CH₂=CH- (CH₂)₁₂Si (NH₂)₃CH₂=CH- (CH₂)₁₂SiCH₃ (NH₂)₂[0046]

[Formula 39]



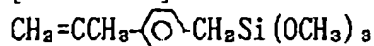
[0047]

[Formula 40]



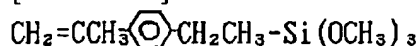
[0048]

[Formula 41]



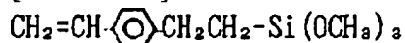
[0049]

[Formula 42]



[0050]

[Formula 43]



[0051]

[Formula 44]



[0052] It ***** and let the compound of platinum, a rhodium, a ruthenium, and a palladium system be a desirable thing especially as a transition-metals compound used here.

[0053] Although the transition-metals compound which this reaction is a hydrosilylation reaction and is used acts as a catalyst, this may be under solvent existence, such as toluene, a xylene, THF, and dioxane, that this reaction condition should just consider as the range like 150 ** from a room temperature.

[0054] Moreover, since it is necessary to carry out the partial hydrosilylation reaction of this reaction from it being that in which the organic silicon compound of this invention contains **Si-H radical Although what is necessary is to drop an end partial saturation double bond content organosilane into the mixture of superfluous 1, 3 and 5, 7-tetramethyl cyclotetrasiloxane, and a hydrosilylation catalyst, and just to make it react For the mole ratio of the tetramethyl cyclotetrasiloxane / end partial saturation double bond content organosilane in this case, this is 0.3. **Si-H radical used as the cue for introducing an organic functional group as it is the following stops almost remaining, and Although what is necessary is just to consider as the range of 0.3-10.0 since the pot yield of the specified substance will become low too much and will become disadvantageous in cost if it is made [more] than 10.0, this desirable range is 0.5-5.0. It is carried out.

[0055] Although the organic silicon compound of this invention should just use it after this hydrosilylation reaction termination, carrying out distillation purification, this may use the mixture after distilling out a part for a low-boiling point as it is, may throw in the compound which contains a nitrogen atom or a sulfur atom if needed further, may carry out deactivation of the hydrosilylation catalyst, and may raise that stability.

[0056] Thus, the made organic silicon compound of this invention is **Si-H radical and at least one -R1-Si(CH₃)₃-n-Xn in 1 molecule. Since it has the radical, this is made useful as the synthetic powder of a polyfunctional silane coupling agent or a different functionality silane coupling agent, a silicone resin cross linking agent, etc.

[0057] That is, if the hydrosilylation reaction of the one kind of the organic silicon compound of this invention and vinyl group content compounds, such as allyl glycidyl ether, allyl compound methacrylate, 3, a 4-epoxy-1-vinyl cyclohexane, and an allyl chloride, is carried out under existence of a transition-metals compound, it can consider as the polyfunctional silane coupling agent which has two or more organic functional groups, and the different functionality silane coupling agent which sets this vinyl group content

compound in 1 molecule, and has two or more kinds, then an organic functional group of a different kind can be compounded. In addition, although it can be used as it is as a cross linking agent of this silicone resin, this can also be considered as addition / condensation combination type.

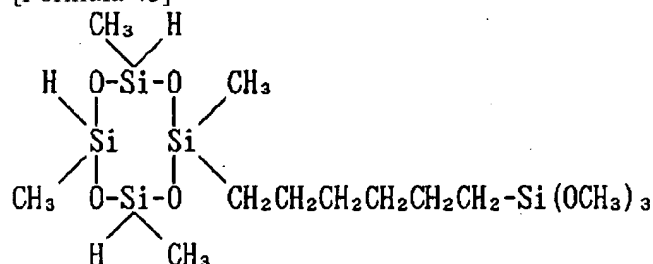
[0058]

[Example] Next, the example of this invention is given.

To the reactor of 1L equipped with example 1 agitator, the Dimroth condenser, the thermometer, and the tap funnel 432 g (1.8 mol) Teach 1, 3, 5, and 7-tetramethyl cyclotetrasiloxane (it is written as compound-A below) under nitrogen-gas-atmosphere mind. A temperature up is carried out to 60 degrees C, and it is chloroplatinic acid 0.5 here. A weight % content ethanol solution 1.2 g addition After carrying out, 6-trimethoxysilyl-1-hexene (compound -1) 123.6g (0.6 mol) immediately shown by [(CH₃)₃type O] 3 Si-CH₂CH₂CH₂CH₂-CH=CH₂ is slowly dropped so that the temperature of 60-65 degrees C may be maintained. After carrying out heating churning at 65-70 degrees C after dropping termination for 1 hour, when it distilled, the boiling point is 161 - 163 **/3 Torr. Transparent and colorless liquid 182.0 g (46.7% of yield) was obtained.

[0059] By gas-chromatograph analysis, purity is 96.3% and, as for this thing, showed the physical properties of viscosity 5.35cS, specific gravity 1.026, and a refractive index 1.4198 in this. Subsequently, since the result as following was obtained and the result as this IR and NMR were shown in drawing 1 and drawing 2 was obtained when infrared-absorption-spectrum analysis, a nuclear-magnetic-resonance analysis of a spectrum, a mass spectrometry, and elemental analysis were performed about this thing, this is a formula [0060].

[Formula 45]



[0061] It came out and it was checked that it is what is shown.

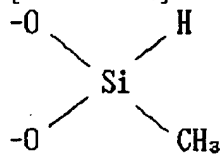
| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|--------|
| 理論値 | 31.57% | 35.10% | 8.16 % |
| 分析値 | 31.78% | 35.01% | 8.11 % |

[0062] < analysis result >a Elemental analysis

b) 1 H-NMR analysis-of-a-spectrum chemical shift (delta)

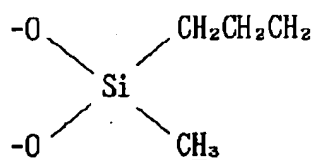
4.6 - 4.8 Ppm(Broad S, 3H):**Si-H -- 3.46 Ppm (S, 9H) : -Si (OCH₃)₃ and 1.1-1.6 ppm (m --) 8H: (CH₃O) ₃ Si-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si **, 0.3 -0.8ppm(m, 4H):(CH₃O) Si-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si**, 0.16ppm(broad s, 9H) : [0063]

[Formula 46]



[0064] 0.08 ppm (s, 3H) : [0065]

[Formula 47]



[0066] c) IR-spectrum analysis [0067]

[Formula 48]

$2,167\text{cm}^{-1}$: $\equiv\text{Si-H}$,

$2,841\text{cm}^{-1}$ }
 $1,194\text{cm}^{-1}$ } : $\equiv\text{Si-OCH}_3$,
 $1,096\text{cm}^{-1}$ }
 447cm^{-1} }

$1,096\text{cm}^{-1}$: $\equiv\text{Si-O-Si} \equiv$,

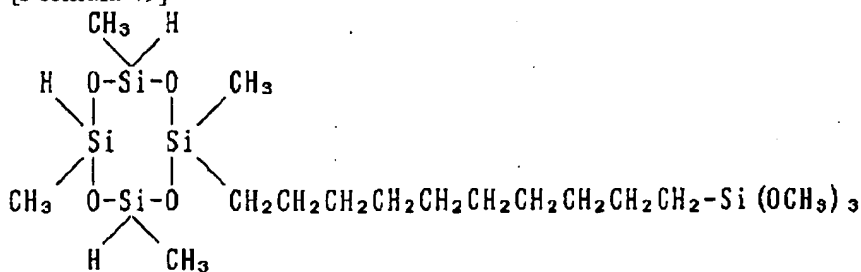
$1,261\text{cm}^{-1}$ }
 $1,409\text{cm}^{-1}$ } : $\equiv\text{Si-CH}_3$
 773cm^{-1} }

[0068] Example 2 compound A 720g (3.0 mol) and formula $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si-}$

$\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{-CH=CH}_2$ 10-trimethoxysilyl-1-decene (compound -2) 260 g shown Although liquid 233.5 g with the boiling point transparent and colorless at $185 - 188 ^\circ\text{C}/3\text{Torr}$ was obtained when it used and the synthetic reaction was performed like the example 1 By gas-chromatograph analysis, purity is 97.6% and, as for this thing, showed the physical properties of viscosity 9.72cS, specific gravity 1.003, and a refractive index 1.4268 in this.

[0069] Subsequently, since the result as following was obtained when infrared-absorption-spectrum analysis, a nuclear-magnetic-resonance analysis of a spectrum, a mass spectrometry, and elemental analysis were performed about this thing, this is a formula [0070].

[Formula 49]



[0071] It came out and it was checked that it is what is shown.

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|--------|
| 理論値 | 28.03% | 40.76% | 8.85 % |
| 分析値 | 28.18% | 40.69% | 8.83 % |

[0072] < analysis result > a Elemental analysis

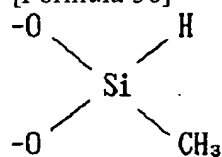
b) 1 H-NMR analysis-of-a-spectrum chemical shift (delta)

4.6 - 4.8 Ppm(Broad S, 3H): $\equiv\text{Si-H}$ -- 3.45 Ppm (S, 9H) : $-\text{Si (OCH}_3)_3$, 1.1-1.6 ppm(m, 16H): $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si-}$

CH₂(CH₂) CH₂-Si **, 0.3-0.8 ppm(m, 4H):(CH₃O) 3 Si-CH₂(CH₂)₈CH₂-Si**, 0.15 ppm () [broad] s, 9H :

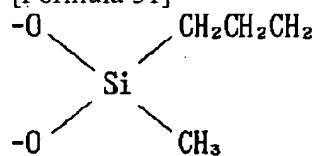
[0073]

[Formula 50]



[0074] 0.08 ppm (s, 3H) : [0075]

[Formula 51]



[0076] c) IR-spectrum analysis [0077]

[Formula 52]

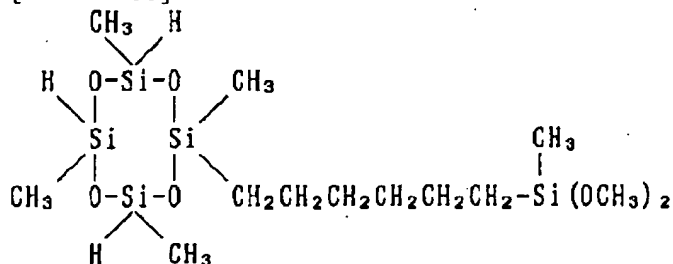
2,168 cm⁻¹ : ≡ Si-H ,

2,842 cm⁻¹ }
1,191 cm⁻¹ } : ≡ Si-O-Si ≡ ,
1,088 cm⁻¹ }

1,088 cm⁻¹ }
1,261 cm⁻¹ } : ≡ Si-CH₃
1,408 cm⁻¹ }
773 cm⁻¹ }

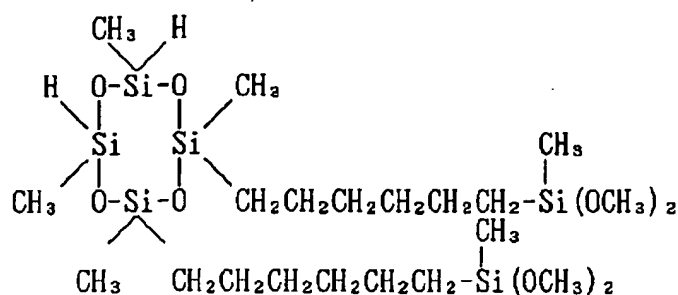
[0078] 840g (3.5 mols) of example 3 compound A Formula (CH₃O) 2 6-dimethoxymethyl silyl-1-hexene shown by -Si(CH₃) CH₂CH₂CH₂CH₂-CH=CH₂ (compound -3) 133g (0.7g mol) It is a formula [0079], when it used, the synthetic reaction was performed like the example 12 and after [synthetic termination] low distilling out was carried out.

[Formula 53]



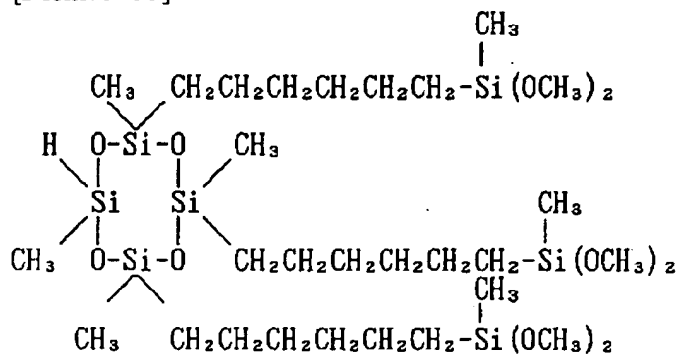
[0080]

[Formula 54]



[0081]

[Formula 55]

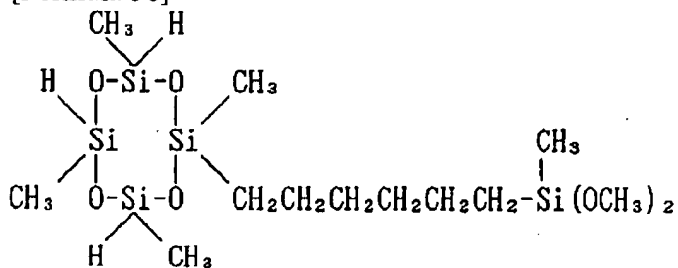


[0082] the place investigated by carrying out the quantum of the hydrogen gas which 234.1g of mixture of the organic silicon compound of three sorts of ** is obtained, and generates **Si-H content of this thing with the alkaline water -- 0.0057 mols/g it was .

[0083] Subsequently, when this mixture is distilled, 165.3g (54.9% of yield) of transparent and colorless liquids is obtained by the boiling point 145 - 142 **/3Torr, it is checked that this thing is 97.5% of purity in gas-chromatograph analysis, and for **, this is viscosity 5.23cS and specific gravity 1.001, The physical properties of a refractive index 1.4420 were shown.

[0084] Since the result as following was obtained next when an infrared absorption analysis of a spectrum, a nuclear-magnetic-resonance analysis of a spectrum, and elemental analysis were performed about this thing, this is a formula [0085].

[Formula 56]



[0086] It came out and it was checked that it is what is shown.

| | Si | C | H |
|-----|--------|--------|--------|
| 理論値 | 32.75% | 36.41% | 8.46 % |
| 分析値 | 32.96% | 36.28% | 8.41 % |

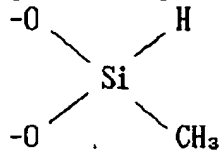
[0087] < analysis result > a Elemental analysis

b) 1 H-NMR analysis-of-a-spectrum chemical shift (delta)

4.65-4.85 ppm(broad s, 3H): ** Si-H, 3.42 ppm (s, 6H) : -SiCH 3-(OCH3) 2 -- 1.1 - 1.6ppm(m, 8H):(CH3O)

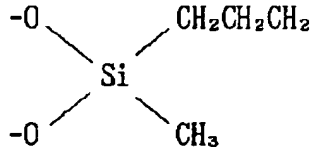
2SiCH₃-CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si ** and 0.35-0.85 ppm(m, 4H):(CH₃O)₂SiCH₃ - CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂CH₂-Si **, 0.23ppm(broad s, 9H) : [0088]

[Formula 57]



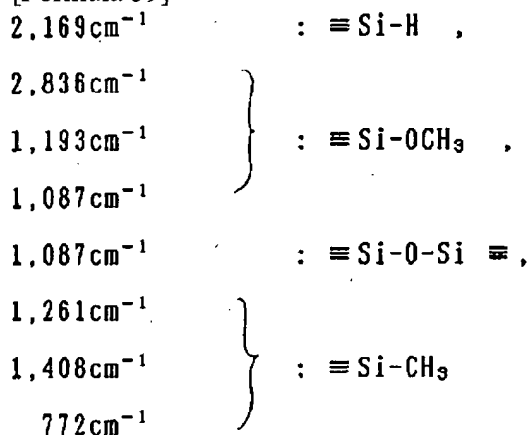
0.15ppm(s, 3H) : [0089]

[Formula 58]



[0090] 0.05 ppm (s, 3H) : (CH₃O)₂SiCH₃-c IR SUPEKURU analysis [0091]

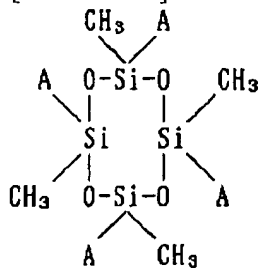
[Formula 59]



[0092]

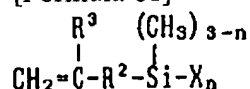
[Effect of the Invention] About the organic silicon compound with new this invention and its manufacture approach of reference non-**, this is a general formula [0093], as described above.

[Formula 60]



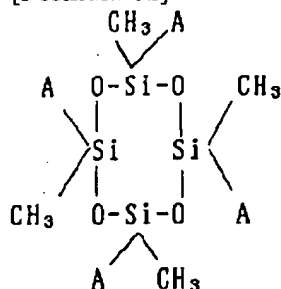
[-- organic silicon compound [with which A is shown here hydrogen atom or -R₁-Si(CH₃)₃-nX_n] (a hydrolysis nature machine and n are / R₁ / 1, 2, or 3 for a divalent hydrocarbon group and X)] and 1, 3 and 5, and 7-tetramethyl cyclo tetra-SHIROKISA, and [0094]

[Formula 61]

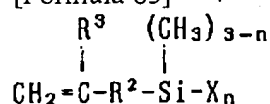


Although the manufacture approach of said organic compound to which the organosilane shown by (a divalent hydrocarbon group and R3 are X, and a hydrogen atom or a methyl group, and n of R2 are the same as that of the above) is made to react under existence of a transition-metals compound is made into a summary Since this organic compound has **Si-H radical and the -R1-Si(CH3)3-nXn radical in that molecule, it is especially supposed by it at composition of a polyfunctional silane coupling agent, a different functionality silane coupling agent, and a silicone resin cross linking agent that it is useful.

[Formula 62]



[Formula 63]



[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.